

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-357720

(43)Date of publication of application : 26.12.2001

Int.Cl.

H01B 1/22

H01B 13/00

H05K 3/32

Application number : 2000-180342

(71)Applicant : TDK CORP

Date of filing : 15.06.2000

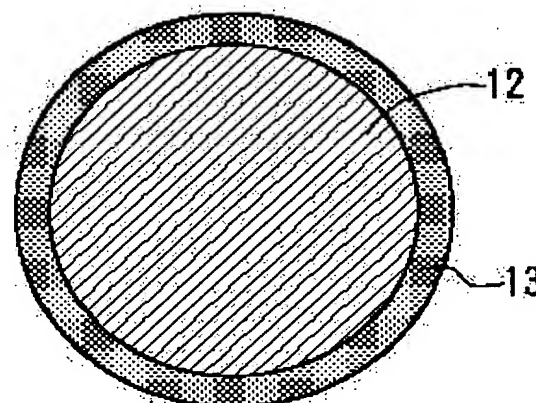
(72)Inventor : ODA KAZUHIKO
MARUNO TETSUJI
TANAKA KOJI
SASAKI AKIRA

METAL PARTICLE CONTAINING COMPOSITION, CONDUCTIVE PASTE AND THEIR MANUFACTURING METHOD

Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a metal particle containing composition and a conductive paste wherein aggregation of metal particles does not occur.

SOLUTION: This contains metal particles or metal compound particles 12 modified with a solvent 13 having mutual solubility with organic components to be contained in the conductive paste. In manufacturing, to metal particles or metal compound particles formed after water washing and before drying, the solvent which has the mutual solubility with organic components to be contained in the electro-conductive paste and which has no mutual solubility with water is added, and solvent substitutes the water component.



LEGAL STATUS

Date of request for examination]

13.02.2001

Date of sending the examiner's decision of rejection]

Date of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted to a patent]

Date of final disposal for application]

Patent number]

Date of registration]

Number of appeal against examiner's decision of rejection]

NOTICES *

The Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

*** shows the word which can not be translated.

In the drawings, any words are not translated.

AIMS

Claim(s)

Claim 1] conductive paste -- public funds -- the conductive paste containing the metal particles or the metallic-compounds particle by which is a group particle content constituent and humidity was carried out with the organic component which should be contained in conductive paste, and the solvent with compatibility -- public funds -- a group particle content constituent.

Claim 2] It is the metal-particles content constituent whose mean particle diameter of said metal particles or a metallic-compounds particle it is the metal-particles content constituent indicated by claim 1, and is 1 micrometer or less.

Claim 3] It is the metal-particles content constituent indicated by claims 1 or 2, said solvent makes said metal particles and metallic-compounds particle the 100 weight sections, and it is a 2 - 100 weight **** rare ***** metal-particles content constituent.

Claim 4] It is the metal-particles content constituent with which it is the metal-particles content constituent indicated by [claim 1 thru/or] of 3 they are, and said solvent contains an organic vehicle.

Claim 5] It is conductive paste which are conductive paste containing a metal-particles content constituent, an organic binder, and a solvent, said metal-particles content constituent was indicated by any [claim 1 thru/or] of 4 they are, and comes to mix with said organic binder and said solvent.

Claim 6] They are the electronic parts which are formed using the conductive paste with which are the electronic parts containing a ceramic base and an electrode, and said electrode was indicated to be by claim 5, and are supported with a ceramic base.

Claim 7] conductive paste -- public funds -- it is the manufacture approach of a group particle content constituent, and is backwashing by water -- the manufacture approach of a metal-particles content constituent including the process which adds the solvent which has the organic component and compatibility which should be included in conductive paste, and does not have water and compatibility to generated non-dried the metal particles or the metallic-compounds particle, and permutes said moisture by it with said solvent.

Claim 8] It is the manufacture approach of the metal-particles content constituent indicated by claim 7, said solvent makes the whole quantity of said metal particles the 100 weight sections, and it is the manufacture approach of 3 - 30 weight ***** metal-particles content constituent.

Claim 9] It is the manufacture approach of the metal-particles content constituent indicated by claim 8, a surfactant is added with said solvent, said surfactant makes the whole quantity of said metal particles the 100 weight sections, and it is the manufacture approach of a 0.05 - 10.0 weight ***** metal-particles content constituent.

Claim 10] The manufacture approach of a metal-particles content constituent of being the manufacture approach of the metal-particles content constituent indicated by any [claim 7 thru/or] of 9 they being, and adding water and the 2nd solvent with compatibility.

Claim 11] It is the manufacture approach of the metal-particles content constituent which is the manufacture approach of the metal-particles content constituent indicated by claim 10, and said 2nd solvent makes the whole quantity of said metal particles the 100 weight sections, and adds 0.3 - 30 weight section.

Claim 12] It is the manufacture approach of a metal-particles content constituent that it is the manufacture approach of the metal-particles content constituent indicated by claims 10 or 11, and said 2nd solvent is an acetone.

Claim 13] It is the manufacture approach of the conductive paste which is the manufacture approach of the conductive paste containing a metal-particles content constituent and an organic component, and includes the process which said metal-particles content constituent is obtained by the manufacture approach indicated by any [claim 7 thru/or] of 12 they are, and mixes said metal-particles content constituent and said organic component.

nslation done.]

NOTICES *

an Patent Office is not responsible for any
 ages caused by the use of this translation.

is document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

** shows the word which can not be translated.

the drawings, any words are not translated.

FAILED DESCRIPTION

tailed Description of the Invention]

01]

ld of the Invention] This invention relates to the metal-particles content constituent for conductive paste, conductive
 e, and its manufacture approach.

02]

scription of the Prior Art] In recent years, the miniaturization is demanded also for the electronic parts used for these
 the miniaturization of electronic equipment. As for functional parts, such as an inductor which used the ceramics
 specially, a capacitor, and a filter, a miniaturization has come to be attained by the multilayer laminated structure with
 rovement in a property.

03] Such laminating components mix ceramic powder with an organic vehicle, and after they print the conductive
 e used as an electrode to the green sheet produced with means, such as the sheet method or print processes, and pass
 ough processes, such as a laminating, sticking by pressure, and cutting, to it, they are calcinated, and they are further
 ufactured by forming an external electrode. Conductive paste distributed predetermined metal powder in the organic
 icle (organic binder) and the organic solvent.

04] As the manufacture approach of the metal powder used for conductive paste, the various approaches called
 mical vapor deposition, precipitate reduction, the reduction depositing method, or heat reduction are learned. In any
 e, after carrying out backwashing by water of the metal powder, it is made to dry and is manufactured. In preparation
 onductive paste, the dry metal powder was distributed in the organic vehicle and the organic solvent.

05] However, it will be easy to condense the dry metal powder, and it will generate the metal floc of a bigger particle
 : than the particle size which metal powder originally has. The pulverization of metal powder is advancing recently
 esponding to thin-film-izing of electrode layer thickness, and it is especially easy to generate condensation of metal
 vder.

06] When condensation of metal powder occurred, this metal powder is distributed in an organic vehicle and an
 anic solvent and conductive paste is prepared, big metal floc will be inherent in conductive paste. When the electrode
 electronic parts is formed using the conductive paste in which metal floc is inherent, the dependability and the yield
 electronic parts are reduced remarkably. For example, when the internal electrode of ceramic laminating components
 ormed, as shown in drawing 1, the metal floc 11 may occur in an internal electrode 1. The yield is reduced, while
 ssing extremely the part of the ceramics 2 between internal electrodes 1-1 and reducing dependability remarkably, if
 particle size of the metal floc 11 becomes larger than the thickness of an internal electrode 1.

07] In order to divide metal floc into the original metal particles, a long time will have to be applied to the mixed
 ribution in conductive paste manufacture, and decline in process effectiveness and a cost rise will be caused
 vitably.

08] Furthermore, conventionally, although kneading distribution was carried out using 3 rolls after mixing metal
 vder with a vehicle and an organic solvent, as for conductive paste, distribution with 3 rolls has many points which
 st be managed from mechanical structure appropriately at the time of manufacture -- the level of skill is required with
 ious danger -- and its activity itself is complicated. And distributed working hours also cause a cost rise from a
 *****.

09]

oblem(s) to be Solved by the Invention] The technical problem of this invention is offering the metal-particles
 nt constituent which does not cause condensation of metal particles, and conductive paste.

10] Another technical problem of this invention is offering the metal-particles content constituent which may raise
 dependability and the yield of electronic parts remarkably, and conductive paste.

1] It is offering the approach of manufacturing cheaply the metal-particles content constituent which mentioned her technical problem above further and conductive paste of this invention.

2] [ans for Solving the Problem] the conductive paste built over this invention in order to solve the technical problem mentioned above -- public funds -- a group particle content constituent contains the metal particles or the metallic-compounds particle by which humidity was carried out with the organic component which should be contained in conductive paste, and the solvent with compatibility.

3] the ** paste which relates to this invention as mentioned above -- public funds -- since the metal particles or the metallic-compounds particle by which humidity was carried out with the solvent is included, a group particle content constituent is not condensed even if metal particles or a metallic-compounds particle (metal particles are called below) sacrificed by the particle size of 1 micrometer [or less] or less, for example, 0.2 micrometers, unlike the metal powder which the former dried. For this reason, the various problems resulting from condensation of metal powder are solved, and dependability and the yield improve remarkably.

4] and condensation of metal particles does not occur -- since [in addition,] a solvent has the organic component compatibility which should be included in conductive paste -- the time of conductive paste manufacture -- a metal-particles content constituent -- an organic vehicle and a solvent -- very -- smoothness and homogeneity -- and it can be able to distribute promptly. For this reason, the working hours which mixed distribution takes are shortened remarkably, process effectiveness improves, and a cost cut is achieved.

5] The solvent which carries out humidity of the metal particles makes metal particles the 100 weight sections, and - 100 weight **** rare **. This solvent contains an organic vehicle.

6] The metal-particles content constituent for conductive paste concerning this invention can add the solvent which the organic component and compatibility which should be included in conductive paste in the metal particles which not dried [which was generated through backwashing by water], and does not have water and compatibility, and manufacture it by permuting moisture with a solvent.

7] The process which dries metal particles or a metallic-compounds particle is not included in this process. Therefore, condensation of metal particles or a metallic-compounds particle is not produced.

8] With water, since the solvent added to the metal particles which are not dried [which was generated through backwashing by water] does not have compatibility, it dissociates from water and it adheres to metal particles. Drawing 1 drawing showing this condition typically, and shows the condition that the solvent 13 has adhered to the surroundings of metal particles 12. For this reason, the metal particles 12 to which the solvent 13 adhered precipitate, it dissociates from water.

9] It can be used if it is the thing of common knowledge [before] as this kind of a solvent as the solvent used in the production process of the metal-particles content constituent for conductive paste concerning this invention, i.e., water or a solvent without compatibility. As a concrete example, a terpineol etc. can be mentioned, for example. This solvent makes the whole quantity of metal particles the 100 weight sections, and is 3 - 30 weight *****.

10] Furthermore, in order to raise the wettability of the solvent to metal particles, it is desirable to add a surfactant to a solvent. As a surface active agent, each well-known thing, such as a cation system, the Nonion system, and an anion system, is usable. A surfactant makes the whole quantity of metal particles the 100 weight sections, and is 0.05 - 0.1 weight *****. Drawing 2 is drawing showing typically the condition of the metal particles at the time of adding surfactant, the surfactant 14 adhered and the solvent 13 has adhered to the surroundings of metal particles 12 around it.

11] Furthermore, apart from the solvent mentioned above, water and the 2nd solvent with compatibility can be added preferably. Drawing 3 is drawing showing typically the condition of metal particles after adding the 2nd solvent. Although it is small by adding this 2nd solvent 16 as shown in drawing 3, the moisture 15 which remains on metal particles 12 is completely promptly removable from on metal particles with the 2nd solvent 16.

12] The 2nd solvent adds 0.3 - 30 weight section by making the whole quantity of said metal particles into the 100 weight sections. A concrete example which can be used as the 2nd solvent is an acetone. Volatility of an acetone is very high, it reacts with water, and water is volatilized.

13] Metal particles can be manufactured from before by the manufacture approach, for example, chemical vapor deposition, precipitate reduction, the well-known reduction depositing method, or well-known heat reduction etc. However, the desiccation process usually adopted is not included in these manufacture approaches. That is, without making it dry after backwashing by water, a solvent is added and humidity of the metal particles is carried out with a solvent. There is almost no limit on an ingredient in the metal particles to which this invention is applied. It is widely applicable to particles, such as nickel, Cu, Ag, Fe(s), or these alloys.

24] By the manufacture approach of the conductive paste concerning this invention, an organic vehicle and a solvent mixed with the metal-particles content constituent mentioned above on an organic component and a concrete target.

25] Hereafter, an example explains this invention concretely. However, this invention is not limited to this case.

26]

[Embodiment of the Invention] Backwashing by water of the nickel metal particles obtained by the manufacture approach chemical vapor deposition of a <example 1> a. metal-particles content constituent was carried out, and the slurry containing nickel metal particles with a mean particle diameter of 0.35 micrometers and water was obtained. For this slurry, water is 80 weight % rare ***** to the nickel metal-particles 100 weight section.

27] A terpeneol 3 - 30 weight sections, and the cation system surfactant 0.05 - the 10.0 weight sections were mixed ***** (ed) as a solvent to the above-mentioned slurry, flocking settling of the nickel metal particles was carried out, and water was separated. As the 2nd solvent, by adding an acetone 0.3 - 30 weight sections, the flocking-settling rate of nickel metal particles can be promoted, the water in a slurry can be eliminated effectively, and it can permute by the terpeneol at this time.

28] The obtained metal-particles content constituent contains the organic component of 43 weight sections to the nickel metal-particles 100 weight section with a mean particle diameter of 0.35 micrometers.

29] b. Using the metal-particles content constituent obtained according to the manufacture approach above-mentioned process of conductive paste, the organic vehicle and the organic solvent were added, it mixed, and conductive paste was manufactured so that it might become nickel metal-particles content 50wt% and predetermined viscosity. This conductive paste was sheet-sized with the doctor blade method, and was dried. This is set to sample No.1.

30] Backwashing by water of the nickel metal particles obtained by the manufacture approach chemical vapor deposition of <example 1 of comparison> a. metal powder was carried out, further, it was made to dry and nickel metal particles (desiccation nickel metal powder) with a mean particle diameter of 0.35 micrometers were obtained.

31] b. Using nickel metal powder obtained according to the manufacture approach above-mentioned process of conductive paste, the organic vehicle and the organic solvent were added and it mixed so that it might become nickel metal-particles content 50wt% and predetermined viscosity, and conductive paste was manufactured. This conductive paste was sheet-sized with the doctor blade method, and was dried. This is set to sample No.2.

32] It evaluated [samples / 1 and 2 / <assessment approach ***** assessment result>] about the consistency of a desiccation sheet, and surface roughness. The consistency of a desiccation sheet cut dried NSHITO in predetermined magnitude, and evaluated the value computed from the volume and weight.

33] The surface roughness of a desiccation sheet was measured and evaluated using the surface roughness meter (readboard [by Tokyo Seimitsu Co., Ltd.]) MU 570A ruby terminal 0.8 mmR). An assessment result is shown in a table. The numeric value in a table 1 is the average of measurement size 10 piece.

表 1

料No.	Ni 金属成分の 原料形態	乾燥シート 密度(g/cm ³)	乾燥シート表面粗さ(μm)	
			Ra	Rmax
1	湿润	5.8	0.03	0.28
2	乾燥粉末	5.3	0.06	0.54

the value of the abbreviation one half of that of sample No.2 from which desiccation sheet surface roughness Ra and Rmax were obtained in the example 1 of a comparison, and, as for sample No.1 obtained in the example 1 of this invention, it turns out that the electrode layer with very sufficient front-face nature is obtained as shown in a table 1.

34] Backwashing by water of the Ag metal particles obtained by the manufacture approach chemical vapor deposition of a <example 2> a. metal-particles content constituent was carried out, and the slurry containing Ag metal particles with a mean particle diameter of 0.15 micrometers and water was obtained. For this slurry, water is 80 weight % rare ***** to the Ag metal-particles 100 weight section.

35] A terpeneol 3 - 30 weight sections, and the cation system surfactant 0.05 - the 10.0 weight sections were mixed ***** (ed) as a solvent to the above-mentioned slurry, flocking settling of the Ag metal particles was carried out, and water was separated. As the 2nd solvent, by adding an acetone 0.3 - 30 weight sections, the flocking-settling rate of Ag metal particles can be promoted, the water in a slurry can be eliminated effectively, and it can permute by the terpeneol

is time.

[6] The obtained metal-particles content constituent contains the organic component of 43 weight sections to the Ag metal-particles 100 weight section with a mean particle diameter of 0.15 micrometers.

[7] b. Using the metal-particles content constituent obtained according to the manufacture approach above-mentioned process of conductive paste, the organic vehicle and the organic solvent were added, it mixed, and conductive paste was manufactured so that it might become Ag metal-particles content 80wt% and predetermined viscosity. This conductive paste was sheet-ized with the doctor blade method, and was dried. This is set to sample No.3.

[8] Backwashing by water of the Ag metal particles obtained by the manufacture approach chemical vapor deposition of <example 2 of comparison> a. metal powder was carried out, further, it was made to dry and Ag metal particles (desiccation Ag metal powder) with a mean particle diameter of 0.15 micrometers were obtained.

[9] b. Using Ag metal powder obtained according to the manufacture approach above-mentioned process of conductive paste, the organic vehicle and the organic solvent were added and it mixed so that it might become Ag metal-particles content 80wt% and predetermined viscosity, and conductive paste was manufactured. This conductive paste was sheet-ized with the doctor blade method, and was dried. This is set to sample No.4.

[10] It evaluated [samples / 3 and 4 / <assessment approach **** assessment result>] about the consistency of a desiccation sheet, and surface roughness. The consistency of a desiccation sheet cut dried NSHITO in predetermined magnitude, and evaluated the value computed from the volume and weight. The surface roughness of a desiccation sheet was measured and evaluated using the surface roughness meter (surfboard [by Tokyo Seimitsu Co., Ltd.]) MU 570A (terminal 0.8 mmR). An assessment result is shown in a table 2. The numeric value in a table 1 is the average of ten measurement sizes.

表 2

No.	Ni 金属成分の 原料形態	乾燥シート 密度(g/cm ³)	乾燥シート表面粗さ(μm)	
			Ra	Rmax
3	湿潤	6.6	0.02	0.19
4	乾燥粉末	5.8	0.04	0.43

the value of the abbreviation one half of sample No.4 where desiccation sheet surface roughness Ra and Rmax were obtained in the example 4 of a comparison, and, as for sample No.3 obtained in the example 2 of this invention, it turns that the electrode layer with very sufficient front-face nature is obtained as shown in a table 2.

[41]

[Effect of the Invention] According to this invention, the following effectiveness can be acquired as stated above.

The metal-particles content constituent which does not cause condensation of metal particles, and conductive paste can be offered.

The metal-particles content constituent which may raise the dependability and the yield of electronic parts remarkably, and conductive paste can be offered.

The approach of manufacturing cheaply the metal-particles content constituent mentioned above and conductive paste can be offered.

translation done.]

NOTICES *

an Patent Office is not responsible for any
ages caused by the use of this translation.

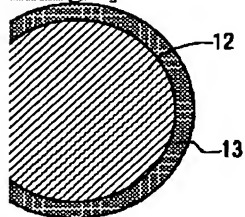
his document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

** shows the word which can not be translated.

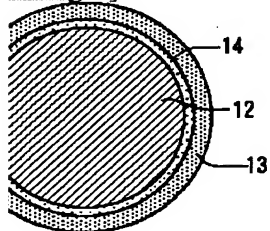
the drawings, any words are not translated.

AWINGS

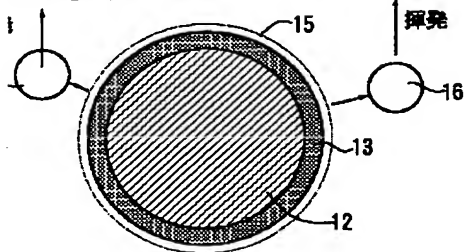
awing 1]



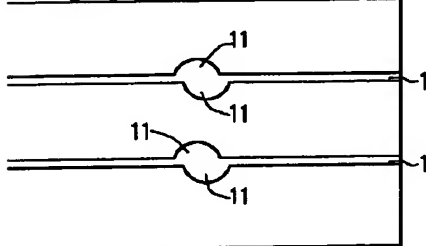
awing 2]



awing 3]



awing 4]



anslation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-357720

(P2001-357720A)

(43) 公開日 平成13年12月26日 (2001. 12. 26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
H 0 1 B 1/22		H 0 1 B 1/22	A 5 E 3 1 9
13/00	5 0 3	13/00	5 0 3 C 5 G 3 0 1
H 0 5 K 3/32		H 0 5 K 3/32	B

審査請求 有 請求項の数13 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2000-180342(P2000-180342)

(22) 出願日 平成12年6月15日 (2000. 6. 15)

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 小田 和彦

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 丸野 哲司

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(74) 代理人 100081606

弁理士 阿部 美次郎

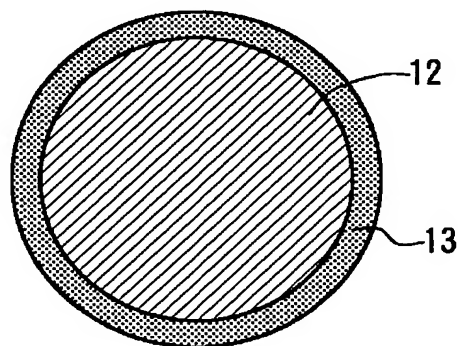
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属粒子含有組成物、導電ペースト及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明の課題は、金属粒子の凝集を起こさない金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを提供する。

【解決手段】導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持つ溶剤13で湿潤された金属粒子または金属化合物粒子12を含む。製造に当っては、水洗浄を経て生成された未乾燥の金属粒子または金属化合物粒子に、導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持ち、かつ、水と相溶性のない溶剤を加え、水分を溶剤によって置換する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電ペースト用金属粒子含有組成物であって、

導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持つ溶剤で湿潤された金属粒子または金属化合物粒子を含む導電ペースト用金属粒子含有組成物。

【請求項2】 請求項1に記載された金属粒子含有組成物であって、

前記金属粒子または金属化合物粒子は、平均粒径が1 μ m以下である金属粒子含有組成物。

【請求項3】 請求項1または2に記載された金属粒子含有組成物であって、

前記溶剤は、前記金属粒子または前記金属化合物粒子を100重量部として、2～100重量部含まれている金属粒子含有組成物。

【請求項4】 請求項1乃至3の何れかに記載された金属粒子含有組成物であって、

前記溶剤は、有機ビヒクルを含む金属粒子含有組成物。

【請求項5】 金属粒子含有組成物と、有機バインダと、溶剤とを含有する導電ペーストであって、前記金属粒子含有組成物は、請求項1乃至4の何れかに記載されたものでなり、前記有機バインダ及び前記溶剤と混合されている導電ペースト。

【請求項6】 セラミック基体と、電極とを含む電子部品であって、

前記電極は、請求項5に記載された導電ペーストを用いて形成され、前記セラミック基体によって支持されている電子部品。

【請求項7】 導電ペースト用金属粒子含有組成物の製造方法であって、

水洗浄を経て生成された未乾燥の金属粒子または金属化合物粒子に、導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持ち、かつ、水と相溶性のない溶剤を加え、前記水分を前記溶剤によって置換する工程を含む金属粒子含有組成物の製造方法。

【請求項8】 請求項7に記載された金属粒子含有組成物の製造方法であって、

前記溶剤は、前記金属粒子の全量を100重量部として、3～30重量部加える金属粒子含有組成物の製造方法。

【請求項9】 請求項8に記載された金属粒子含有組成物の製造方法であって、

前記溶剤とともに、界面活性剤を加え、前記界面活性剤は、前記金属粒子の全量を100重量部として、0.05～10.0重量部加える金属粒子含有組成物の製造方法。

【請求項10】 請求項7乃至9の何れかに記載された金属粒子含有組成物の製造方法であって、水と相溶性のある第2の溶剤を加える金属粒子含有組成物の製造方法。

【請求項11】 請求項10に記載された金属粒子含有組成物の製造方法であって、

前記第2の溶剤は、前記金属粒子の全量を100重量部として、0.3～30重量部を添加する金属粒子含有組成物の製造方法。

【請求項12】 請求項10または11に記載された金属粒子含有組成物の製造方法であって、

前記第2の溶剤は、アセトンである金属粒子含有組成物の製造方法。

10 【請求項13】 金属粒子含有組成物と、有機成分とを含む導電ペーストの製造方法であって、

前記金属粒子含有組成物は、請求項7乃至12の何れかに記載された製造方法によって得られ、

前記金属粒子含有組成物と、前記有機成分とを混合する工程を含む導電ペーストの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、導電ペースト用金属粒子含有組成物、導電ペースト及びその製造方法に関する。

20

【0002】

【従来の技術】近年、電子機器の小型化に伴い、これらに用いられる電子部品もまた小型化が要求されている。なかでもセラミックスを使用したインダクタ、コンデンサ、フィルタ等の機能部品は、多層積層構造により、特性の向上とともに、小型化が図られるようになってきた。

【0003】このような積層部品は、セラミックス粉末を有機ビヒクルと混合し、シート法または印刷法等の手段で作製されたグリーンシートに、電極となる導電ペーストを印刷し、積層、圧着及び切断等の工程を経た後、焼成され、更に、外部電極を形成することにより製造される。導電ペーストは、所定の金属粉末を、有機ビヒクル（有機バインダ）及び有機溶剤中に分散させたものからなる。

30

【0004】導電ペーストに用いられる金属粉末の製造方法としては、気相化学反応法、沈殿還元法、還元析出法または熱還元法等と称される種々の方法が知られている。何れの場合も、金属粉末を水洗浄した後、乾燥させて製造される。導電ペーストの調製に当っては、乾燥した金属粉末を、有機ビヒクル及び有機溶剤中に分散させていた。

40

【0005】しかしながら、乾燥した金属粉末は凝集し易く、金属粉末が本来持っている粒径よりも大きな粒径の金属凝集粒子を生成してしまう。特に、最近では、電極膜厚の薄膜化に対応して、金属粉末の微粉化が進行しており、金属粉末の凝集が発生し易くなっている。

【0006】金属粉末の凝集が発生すると、この金属粉末を、有機ビヒクル及び有機溶剤中に分散させて、導電ペーストを調製した場合、導電ペーストに大きな金属凝

50

集粒子が内在することになってしまう。金属凝集粒子の内在する導電ペーストを用いて電子部品の電極を形成した場合、電子部品の信頼性及び歩留を著しく低下させる。例えば、セラミック積層部品の内部電極を形成した場合、図1に示すように、内部電極1に金属凝集粒子11が発生することがある。金属凝集粒子11の粒径が、内部電極1の膜厚よりも大きくなると、内部電極1ー1間のセラミックス2の部分の極端に圧迫し、信頼性を著しく低下させるとともに、歩留まりを低下させる。

【0007】金属凝集粒子を、元の金属粒子に分離するためには、導電ペースト製造における混合分散に長時間をかけなければならない、必然的に、工程効率の低下、コストアップを招いてしまう。

【0008】更に、従来、導電ペーストは、金属粉末をビヒクル及び有機溶剤と混合したのち、三本ロールを用い、混練分散させていたが、三本ロールによる分散作業には、機械的な構造から種々の危険性を伴い、作業自体も熟練度が要求されるなど、製造時に適切に管理しなければならない点が多く、煩雑である。しかも、分散作業時間が長いことからコストアップも招く。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、金属粒子の凝集を起こさない金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを提供することである。

【0010】本発明のもう一つの課題は、電子部品の信頼性及び歩留を著しく向上させ得る金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを提供することである。

【0011】本発明の更にもう一つの課題は、上述した金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを、安価に製造する方法を提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】上述した課題を解決するため、本発明に係る導電ペースト用金属粒子含有組成物は、導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持つ溶剤で湿潤された金属粒子または金属化合物粒子を含む。

【0013】上述したように、本発明に係る電ペースト用金属粒子含有組成物は、溶剤で湿潤された金属粒子または金属化合物粒子を含むから、従来の乾燥した金属粉末と異なって、金属粒子または金属化合物粒子（以下金属粒子と称する）が、 $1\mu\text{m}$ 以下、例えば、 $0.2\mu\text{m}$ 以下の粒径に微小化されても、凝集することがない。このため、金属粉末の凝集に起因する種々の問題が解決され、信頼性、及び、歩留まりが著しく向上する。

【0014】しかも、金属粒子の凝集が発生しないのに加えて、溶剤が導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持つため、導電ペースト製造時に、金属粒子含有組成物を、有機ビヒクル及び溶剤に極めて円滑、均一、かつ、迅速に分散させることができる。このため、混合分散に要する作業時間が著しく短縮され、工程効率

が向上し、コストダウンが図られる。

【0015】金属粒子を湿潤する溶剤は、金属粒子を100重量部として、2～100重量部含まれる。この溶剤は、有機ビヒクルを含む。

【0016】本発明に係る導電ペースト用金属粒子含有組成物は、水洗浄を経て生成された未乾燥の金属粒子に、導電ペーストに含まれるべき有機成分と相溶性を持ち、かつ、水と相溶性のない溶剤を加え、水分を溶剤によって置換することによって製造することができる。

10 【0017】この工程には、金属粒子または金属化合物粒子を乾燥させる工程が含まれない。従って、金属粒子または金属化合物粒子の凝集を生じることがない。

【0018】水洗浄を経て生成された未乾燥の金属粒子に加えられる溶剤は、水とは相溶性がないので、水から分離され、金属粒子に付着する。図1は、この状態を模式的に示す図で、金属粒子12の周りに、溶剤13が付着している状態を示している。このため、溶剤13の付着した金属粒子12が沈殿し、水から分離される。

20 【0019】本発明に係る導電ペースト用金属粒子含有組成物の製造工程において用いられる溶剤、即ち、水と相溶性のない溶剤としては、この種の溶剤として従来より周知のものであれば、使用することができる。具体的一例としては、例えば、テルビネオール等を挙げることができる。この溶剤は、金属粒子の全量を100重量部として、3～30重量部加えられる。

30 【0020】更に、金属粒子に対する溶剤の湿潤性を高めるため、溶剤とともに、界面活性剤を加えることが好ましい。界面活性剤としては、カチオン系、ノニオン系、アニオン系等の公知のものはいずれも使用可能である。界面活性剤は、金属粒子の全量を100重量部として、0.05～10.0重量部加える。図2は、界面活性剤を加えた場合の金属粒子の状態を模式的に示す図で、金属粒子12の周りに、界面活性剤14が付着し、その周りに、溶剤13が付着している。

40 【0021】更に好ましくは、上述した溶剤とは別に、水と相溶性のある第2の溶剤を加えることのできる。図3は第2の溶剤を加えた後の金属粒子の状態を模式的に示す図である。図3に示すように、この第2の溶剤16を加えることにより、僅かではあるが、金属粒子12上に残っている水分15を、第2の溶剤16によって、金属粒子上から完全に、かつ、迅速に除去することができる。

【0022】第2の溶剤は、前記金属粒子の全量を100重量部として、0.3～30重量部を添加する。第2の溶剤として用い得る具体的一例は、アセトンである。アセトンは揮発性が極めて高く、水と反応して、水を揮発させる。

50 【0023】金属粒子は、従来より周知の製造方法、例えば、気相化学反応法、沈殿還元法、還元析出法または熱還元法等によって製造できる。但し、これらの製造方

法において、通常採用される乾燥工程は含まない。即ち、水洗浄後に乾燥させることなく、溶剤を加えて、金属粒子を溶剤によって湿潤させる。本発明の適用される金属粒子には、材料上の制限は殆どない。Ni、Cu、Ag、Feまたはこれらの合金等の粒子に、広く適用できる。

【0024】本発明に係る導電ペーストの製造方法では、上述した金属粒子含有組成物と、有機成分、具体的には、有機ビヒクル及び溶剤とを混合する。

【0025】以下、実施例によって本発明を具体的に説明する。但し、本発明はかかる事例に限定されるものではない。

【0026】

【発明の実施の形態】＜実施例1＞

a. 金属粒子含有組成物の製造方法

気相化学反応法により得られたNi金属粒子を水洗浄し、平均粒径0.35 μ mのNi金属粒子及び水を含むスラリーを得た。このスラリーは、Ni金属粒子100重量部に対して、水が80重量部含まれていた。

【0027】上述のスラリーに対し、溶剤としてテルビネオール3～30重量部、カチオン系界面活性剤0.05～10.0重量部を混合し、攪拌し、Ni金属粒子を凝集沈降させ、水を分離した。このとき、第2の溶剤として、アセトン0.3～30重量部を添加することにより、Ni金属粒子の凝集沈降速度を促進させ、スラリー中の水を効果的に排除し、テルビネオールに置換することができる。

【0028】得られた金属粒子含有組成物は、平均粒径0.35 μ mのNi金属粒子100重量部に対して、43重量部の有機成分を含む。

*30

表1

試料No.	Ni金属成分の原料形態	乾燥シート密度(g/cm ³)	乾燥シート表面粗さ(μ m)	
			Ra	Rmax
1	湿潤	5.8	0.03	0.28
2	乾燥粉末	5.3	0.06	0.54

表1に示されているように、本発明の実施例1で得られた試料No.1は、乾燥シート表面粗さRa、Rmaxが、比較例1で得られた試料No.2のその約半分の値になっており、極めて表面性のよい電極膜が得られていることが解る。

【0034】＜実施例2＞

a. 金属粒子含有組成物の製造方法

気相化学反応法により得られたAg金属粒子を水洗浄し、平均粒径0.15 μ mのAg金属粒子及び水を含むスラリーを得た。このスラリーは、Ag金属粒子100

*【0029】b. 導電ペーストの製造方法

上記工程によって得られた金属粒子含有組成物を用い、Ni金属粒子含有率50wt%、及び、所定の粘度になるように、有機ビヒクル及び有機溶剤を加えて混合し、導電ペーストを製造した。この導電ペーストを、ドクターブレード法によりシート化し、乾燥させた。これを試料No.1とする。

【0030】＜比較例1＞

a. 金属粉末の製造方法

10 気相化学反応法により得られたNi金属粒子を水洗浄し、更に、乾燥させて、平均粒径0.35 μ mのNi金属粒子（乾燥Ni金属粉末）を得た。

【0031】b. 導電ペーストの製造方法

上記工程によって得られたNi金属粉末を用い、Ni金属粒子含有率50wt%、及び、所定の粘度になるように有機ビヒクル及び有機溶剤を加えて混合し、導電ペーストを製造した。この導電ペーストを、ドクターブレード法によりシート化し、乾燥させた。これを試料No.2とする。

20 【0032】＜評価方法及び評価結果＞試料1、2について、乾燥シートの密度、及び、表面粗さについて評価した。乾燥シートの密度は、乾燥させたシートを所定の大きさに切断し、その体積と重量から算出した値を評価した。

【0033】乾燥シートの表面粗さは、表面粗さ計（（株）東京精密製サーフ） μ 570ALビー端子0.8mmRを用いて測定し、評価した。表1に評価結果を示す。表1中の数値はサンプル数10個の平均である。

重量部に対して、水が80重量部含まれていた。

【0035】上述のスラリーに対し、溶剤としてテルビネオール3～30重量部、カチオン系界面活性剤0.05～10.0重量部を混合し、攪拌し、Ag金属粒子を凝集沈降させ、水を分離した。このとき、第2の溶剤として、アセトン0.3～30重量部を添加することにより、Ag金属粒子の凝集沈降速度を促進させ、スラリー中の水を効果的に排除し、テルビネオールに置換することができる。

50 【0036】得られた金属粒子含有組成物は、平均粒径

0.15 μm のAg金属粒子100重量部に対して、43重量部の有機成分を含む。

【0037】b. 導電ペーストの製造方法

上記工程によって得られた金属粒子含有組成物を用い、Ag金属粒子含有率80wt%、及び、所定の粘度になるように、有機ビヒクル及び有機溶剤を加えて混合し、導電ペーストを製造した。この導電ペーストを、ドクターブレード法によりシート化し、乾燥させた。これを試料No.3とする。

【0038】＜比較例2＞

a. 金属粉末の製造方法

気相化学反応法により得られたAg金属粒子を水洗浄し、更に、乾燥させて、平均粒径0.15 μm のAg金属粒子（乾燥Ag金属粉末）を得た。

【0039】b. 導電ペーストの製造方法

* 上記工程によって得られたAg金属粉末を用い、Ag金属粒子含有率80wt%、及び、所定の粘度になるように有機ビヒクル及び有機溶剤を加えて混合し、導電ペーストを製造した。この導電ペーストを、ドクターブレード法によりシート化し、乾燥させた。これを試料No.4とする。

【0040】＜評価方法及び評価結果＞試料3、4について、乾燥シートの密度、及び、表面粗さについて評価した。乾燥シートの密度は、乾燥させたシートを所定の大きさに切断し、その体積と重量から算出した値を評価した。乾燥シートの表面粗さは、表面粗さ計（株）東京精密製サーフ] $\mu 570$ アルビー端子0.8mm R)を用いて測定し、評価した。表2に評価結果を示す。表1中の数値はサンプル数10個の平均である。

表 2

試料No.	Ni金属成分の原料形態	乾燥シート密度(g/cm^3)	乾燥シート表面粗さ(μm)	
			Ra	Rmax
3	湿潤	6.6	0.02	0.19
4	乾燥粉末	5.8	0.04	0.43

表2に示されているように、本発明の実施例2で得られた試料No.3は、乾燥シート表面粗さRa、Rmaxが、比較例4で得られた試料No.4の約半分の値になっており、極めて表面性のよい電極膜が得られていることが解る。

【0041】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、次のような効果を得ることができる。

- (a) 金属粒子の凝集を起こさない金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを提供することができる。
- (b) 電子部品の信頼性及び歩留を著しく向上させ得る金属粒子含有組成物、及び、導電ペーストを提供することができる。
- (c) 上述した金属粒子含有組成物、及び、導電ペースト※

※トを、安価に製造する方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る製造方法において、水洗浄を経て生成された未乾燥の金属粒子に溶剤が付着した状態を模式的に示す図である。

【図2】本発明に係る製造方法において、界面活性剤を加えた場合の金属粒子の状態を模式的に示す図である。

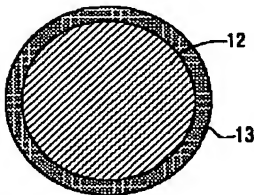
【図3】本発明に係る製造方法において、第2の溶剤を加えた後の金属粒子の状態を模式的に示す図である。

【図4】従来技術の問題点を説明する図である。

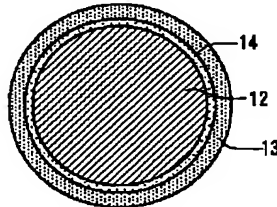
【符号の説明】

- 12 金属粒子
- 13 溶剤

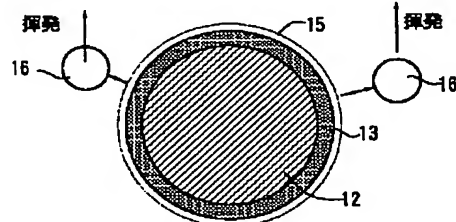
【図1】



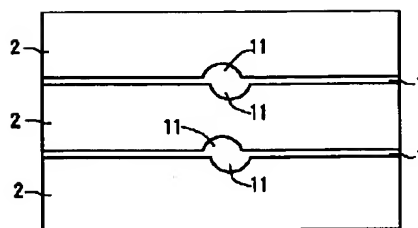
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 田中 公二

秋田県由利郡仁賀保町平沢字前田151 テ
ィーディーケイ エムシーシー株式会社内

(72)発明者 佐々木 昭

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
ーディーケイ株式会社内

F ターム(参考) 5E319 AC04 BB11 CC61

SG301 DA03 DA10 DA42 DD01 DE01
DE03